**PCT** 

09.08.2004

# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

2003年 8月 8日

REC'D 0 2 SEP 2004

**WIPO** 

出 願 番 号
Application Number:

特願2003-289863

[ST. 10/C]:

[JP2003-289863]

出 願 人
Applicant(s):

日本電気株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2004年 1月26日



【書類名】 特許願 【整理番号】 34103804 【提出日】 平成15年 8月 8日 【あて先】 特許庁長官殿 【国際特許分類】 CO1B 31/00 【発明者】 東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内 【住所又は居所】 【氏名】 莇 丈史 【発明者】 【住所又は居所】 東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内 【氏名】 糟屋 大介 【発明者】 【住所又は居所】 東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内 【氏名】 吉武 務 【発明者】 【住所又は居所】 日本電気株式会社内 東京都港区芝五丁目7番1号 【氏名】 久保 佳実 【発明者】 【住所又は居所】 東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内 【氏名】 飯島 澄男 【発明者】 【住所又は居所】 東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内 【氏名】 湯田坂 雅子 【特許出願人】· 【識別番号】 000004237 【氏名又は名称】 日本電気株式会社 【代理人】 【識別番号】 100110928 【弁理士】 【氏名又は名称】 速水 進治 【電話番号】 03-5784-4637 【手数料の表示】 【予納台帳番号】 138392 【納付金額】 21,000円 国等の委託研究の成果に係る特許出願(平成15年度新エネルギ 【その他】 ー・産業技術総合開発機構「ナノカーボン応用製品創製プロジェ クト」に関する委託研究、産業活力再生特別措置法第30条の適 用を受けるもの) 【提出物件の目録】 【物件名】 特許請求の範囲 1 【物件名】 明細書 1 【物件名】 図面 1 【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0110433

#### ページ: 1/E

#### 【書類名】特許請求の範囲

#### 【請求項1】

ナノカーボンを生成する生成室と、

生成したナノカーボンを回収する回収室と、

#### を備え、

前記生成室または前記回収室に、生成したナノカーボンを湿潤させる湿潤手段が設けられたことを特徴とするナノカーボン製造装置。

#### 【請求項2】

グラファイトターゲットの表面に光を照射する光源と、

前記光の照射に生成したナノカーボンを回収する回収手段と、

前記ナノカーボンを湿潤させる湿潤手段と、

を備えることを特徴とするナノカーボン製造装置。

#### 【請求項3】

請求項2に記載のナノカーボン製造装置において、前記回収手段は、回収室と、前記回収室に前記ナノカーボンを導く回収管と、を備え、

前記湿潤手段は、前記回収室中の前記ナノカーボンを湿潤させることを特徴とするナノカーボン製造装置。

#### 【請求項4】

請求項2または3に記載のナノカーボンの製造装置において、前記グラファイトターゲットの設置される生成室を備え、

前記湿潤手段は、前記生成室中の前記ナノカーボンを湿潤させることを特徴とするナノカーボン製造装置。

#### 【請求項5】

請求項1乃至4いずれかに記載のナノカーボン製造装置において、前記湿潤手段は、噴 霧手段であることを特徴とするナノカーボン製造装置。

#### 【請求項6】

グラファイトターゲットの表面に光照射する工程と、

光照射する前記工程で生成したナノカーボンを湿潤させる工程と、

を含むことを特徴とするナノカーボンの製造方法。

#### 【請求項7】

請求項6に記載のナノカーボンの製造方法において、ナノカーボンを湿潤させる前記工程は、前記ナノカーボンに液体を噴霧する工程を含むことを特徴とするナノカーボンの製造方法。

#### 【請求項8】

請求項6または7に記載のナノカーボンの製造方法において、ナノカーボンを湿潤させる前記工程は、前記ナノカーボンにアルコールまたはその水溶液を噴霧することを特徴とするナノカーボンの製造方法。

## 【請求項9】

ナノカーボンを生成した後、該ナノカーボンを湿潤させて回収することを特徴とするナ ノカーボンの回収方法。

1112-14-0001

## 【曹類名】明細曹

【発明の名称】ナノカーボン製造装置ならびにナノカーボンの製造方法および回収方法 【技術分野】

## [0001]

本発明は、ナノカーボン製造装置ならびにナノカーボンの製造方法および回収方法に関 する。

#### 【背景技術】

## [0002]

近年、ナノカーボンの工学的応用が盛んに検討されている。ナノカーボンとは、カーボ ンナノチューブやカーボンナノホーン等に代表される、ナノスケールの微細構造を有する 炭素物質のことをいう。このうち、カーボンナノホーンは、グラファイトのシートが円筒 状に丸まったカーボンナノチューブの一端が円錐形状となった管状体の構造を有しており 、その特異な性質から、様々な技術分野への応用が期待されている。カーボンナノホーン は、通常、各々の円錐部間に働くファンデルワールス力によって、チュープを中心にし円 錐部が角(ホーン)のように表面に突き出る形態で集合している。

## [0003]

カーボンナノホーン集合体は、不活性ガス雰囲気中で原料の炭素物質(以下適宜グラフ ァイトターゲットと呼ぶ)に対してレーザー光を照射するレーザー蒸発法によって製造さ れることが報告されている(特許文献1)。この方法によれば、レーザー蒸発により得ら れたすす状物質を適当に基板上に堆積させる方法等を用いて回収することができるとされ ている。

## [0004]

【特許文献1】特開2001-64004号公報

## 【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

## [0005]

ところが、本発明者がこの方法について検討を行ったところ、生成したすす状物質を回 収することが困難であることが明らかになった。特に、カーボンナノホーン集合体は密度 が小さいため宙に舞いやすく、チャンバー内で浮遊してしまい、チャンバー底部に堆積さ せておくことが困難であった。

## [0006]

本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、ナノカーボンを効率よく 回収する技術を提供することにある。

# 【課題を解決するための手段】

## [0007]

本発明の製造装置によれば、生成室または回収室に湿潤手段が設けられるため、生成室 で生成したナノカーボンを確実に湿潤させることができる。このため、ナノカーボンが回 収室内を浮遊するのを抑制し、底部に堆積させることができる。よって、堆積したナノカ ーボンを確実に回収することができる。

## [0008]

本発明において、生成室では、たとえばレーザーアプレーション法、アーク放電法、C V D法等の方法によりナノカーボンが生成する。

#### [0009]

本発明によれば、グラファイトターゲットの表面に光を照射する光源と、前記光の照射 に生成したナノカーボンを回収する回収手段と、前記ナノカーボンを湿潤させる湿潤手段 と、を備えることを特徴とするナノカーボン製造装置が提供される。

## [0010]

本発明に係るナノカーボン製造装置によれば、ナノカーボンを湿潤する湿潤手段を備え るため、生成したナノカーボンを湿潤させ、沈降させることができる。このため、ナノカ ーポンが宙に舞うのを抑制し、効率よく回収することができる。

#### [0011]

本発明のナノカーボン製造装置において、前記湿潤手段は、噴霧手段であってもよい。 こうすることにより、生成したナノカーボンを霧で確実に湿潤させることができる。よっ て、ナノカーボンをさらに容易に回収することができる。本発明において、前記噴霧手段 はたとえばエタノール霧化装置とすることができる。

#### [0012]

本発明のナノカーボン製造装置において、前記回収手段は、回収室と、前記回収室に前 記ナノカーボンを導く回収管と、を備え、前記湿潤手段は、前記回収室中の前記ナノカー ボンを湿潤させてもよい。こうすることにより、生成したナノカーボンを効率よく回収室 に導くことができる。また、回収室に回収されたナノカーボンを確実に湿潤させることが できる。このため、ナノカーボンを回収室内に堆積させ、確実に回収することができる。

本発明のナノカーボン製造装置において、前記回収室の底面が装置の設置面に対して傾 斜していてもよい。こうすることにより、湿潤させたナノカーボンをさらに容易に回収す ることができる。また、回収室は、着脱可能に構成されていてもよい。こうすれば、回収 室を取り外すことができるため、容易にナノカーボンを回収することができる。

#### [0014]

本発明のナノカーボンの製造装置において、前記グラファイトターゲットの設置される 生成室を備え、前記湿潤手段は、前記生成室中の前記ナノカーボンを湿潤させてもよい。 こうすることにより、生成したナノカーボンを生成室内で確実に湿潤させることができる 。このため、ナノカーボンが生成室内で舞うの抑制し、容易に回収することができる。ま た、ナノカーボンが生成室内に浮遊しないため、グラファイトターゲットに照射される光 のパワー密度のぶれを抑制することができる。よって、所望の性状のナノカーボンを安定 的に製造することができる。

#### [0 0 1 5]

本発明の製造装置において、前記生成室の底部に、生成した前記ナノカーボンを回収す る回収器が設けられていてもよい。こうすることにより、生成室内で湿潤したナノカーボ ンを回収器に堆積させることができる。よって、ナノカーボンを効率よく回収することが できる。回収器は湿潤手段を備えることができる。

#### [0016]

本発明によれば、ナノカーボンを生成する生成室と、生成したナノカーボンを回収する 回収室と、を備え、前記生成室または前記回収室に、生成したナノカーボンを湿潤させる 湿潤手段が設けられたことを特徴とするナノカーボン製造装置が提供される。

#### [0017]

本発明によれば、グラファイトターゲットの表面に光照射する工程と、光照射する前記 工程で生成したナノカーボンを湿潤させる工程と、を含むことを特徴とするナノカーボン の製造方法が提供される。

#### [0018]

本発明に係る製造方法によれば、生成したナノカーボンを湿潤させる工程を含むため、 ナノカーボンの浮遊を抑制することができる。よって、ナノカーボンを効率よく回収する ことができる。また、ナノカーボンを確実に回収することができる。

#### [0019]

本発明のナノカーボンの製造方法において、ナノカーボンを湿潤させる前記工程は、前 記ナノカーボンに液体を噴霧する工程を含んでもよい。こうすることにより、ナノカーボ ンを確実に湿潤させることができる。よって、さらに確実に回収することができる。

#### [0020]

本発明のナノカーボンの製造方法において、ナノカーボンを湿潤させる前記工程は、前 記ナノカーポンに有機溶媒を噴霧する工程を含んでもよい。ナノカーボンの表面は疎水性 であるため、有機溶媒を噴霧することにより、さらに確実に湿潤させることができる。

#### [0021]

本発明のナノカーボンの製造方法において、ナノカーボンを湿潤させる前記工程は、前 記ナノカーボンにアルコールまたはその水溶液を噴霧してもよい。アルコールは揮発性に 優れるため、アルコールまたはその水溶液を噴霧することにより、回収したナノカーボン からの噴霧液の除去が容易となる。本発明の製造方法において、たとえばエタノール、メ タノール、イソプロピルアルコールまたはその水溶液を噴霧することができる。

## [0022]

本発明によれば、ナノカーボンを生成した後、該ナノカーボンを湿潤させて回収するこ とを特徴とするナノカーボンの回収方法が提供される。本発明に係る回収方法によれば、 生成したナノカーボンを湿潤させるため、ナノカーボンが宙に舞うのを抑制し、容易に回 収することができる。

## [0023]

以上説明したように、本発明によれば、ナノカーボンを効率よく回収することができる

## 【発明を実施するための最良の形態】

#### [0024]

以下、レーザーアプレーション法によりカーボンナノホーン集合体を製造し、回収する 場合を例に説明する。なお、すべての図面において、同様な構成要素には同様の符号を付 し、適宜説明を省略する。

## [0025]

### (第一の実施形態)

本実施形態では、ナノカーボン製造装置にナノカーボン回収用のチャンバーを設け、回 収用のチャンバーにナノカーボンを湿潤させるための噴霧装置が設けられている。図1は 、本実施形態のナノカーボンの製造装置183の構成を示す図である。なお、本明細書に おいて、図1および他の製造装置の説明に用いる図は概略図であり、各構成部材の大きさ は実際の寸法比に必ずしも対応していない。

#### [0026]

図1のナノカーボン製造装置183は、製造チャンバー107、ナノカーボン回収チャ ンバー119、搬送管141、レーザー光源111、ZnSe平凸レンズ131、ZnS eウインドウ133、回転装置115および噴霧器181を備える。さらに、ナノカーボ ン製造装置183は、不活性ガス供給部127、流量計129、真空ポンプ143、およ び圧力計145を備える。

## [0027]

レーザー光源111から出射するレーザー光103は、ZnSe平凸レンズ131にて 集光され、ZnSeウインドウ133を通じて製造チャンバー107内のグラファイトロ ッド101に照射される。グラファイトロッド101は、レーザー光103照射のターゲ ットとなる固体炭素単体物質として用いられる。

#### [0028]

レーザー光103は、照射角が一定となるようにグラファイトロッド101に照射され る。レーザー光103の照射角を一定に保ちながら、グラファイトロッド101をその中 心軸に対して所定の速度で回転させることにより、グラファイトロッド101の側面の円 周方向にレーザー光103を一定のパワー密度で連続的に照射することができる。また、 グラファイトロッド101をその長さ方向にスライドさせることにより、グラファイトロ ッド101の長さ方向にレーザー光103を一定のパワー密度で連続的に照射することが できる。

#### [0029]

回転装置115は、グラファイトロッド101を保持し、その中心軸周りに回転させる 。グラファイトロッド101は回転装置115に固定することにより、中心軸周りに回転 可能である。またグラファイトロッド101はたとえば中心軸に沿った方向に位置移動可 能な構成とすることができる。

#### [0030]

製造チャンバー107とナノカーボン回収チャンバー119とは、搬送管141によって接続されている。グラファイトロッド101の側面にレーザー光源111からレーザー光103が照射され、その際のプルーム109の発生方向に搬送管141を介してナノカーボン回収チャンバー119が設けられており、生成したカーボンナノホーン集合体117はナノカーボン回収チャンバー119に回収される。

## [0031]

噴霧器181は、ナノカーボン回収チャンバー119に設けられており、ナノカーボン回収チャンバー119の内部および壁面に液体を噴霧することができるように構成されている。こうすることにより、ナノカーボン回収チャンバー119に回収されたカーボンナノホーン集合体117を湿潤させることができる。このため、ナノカーボン回収チャンバー119に回収されたカーボンナノホーン集合体117をナノカーボン回収チャンバー19の底部に効率よく堆積させ、回収することができる。

## [0032]

ここで、噴霧器181は、たとえば霧化ユニットを備えた霧化装置とすることができる。また、溶媒タンクから噴霧液をシャワー状に放出する構成としてもよい。さらに、スプリンクラー等の構成を利用した噴霧装置とすることもできる。本実施形態では、噴霧器181が霧化ユニットを備える場合を例に、以下説明をする。

## [0033]

図2は、霧化ユニットを備える噴霧器181を模式的に示す図である。なお、図2は、図1のA-A,方向の断面図となっている。

#### [0034]

図2の噴霧器181は、霧化ユニット199を備え、霧化ユニット199上部に噴霧液193が収容されている。ナノカーボン回収チャンバー119と噴霧器181とは、ナノカーボン回収チャンバー119の壁面の一部に設けられた貫通口197を介して連結されている。噴霧液193は後述するようにミスト195として、貫通口197からナノカーボン回収チャンバー119内へ噴霧される。

#### [0035]

霧化ユニット199は、例えば超音波振動のような高周波数の振動を発する。この振動は、噴霧器181を介して噴霧液193に伝導する。この振動により、噴霧液193が霧化されてミスト195を生じる。ミスト195は貫通口197を通ってナノカーボン回収チャンバー119に進入する。

## [0036]

霧化ユニット199としては、例えば秋月電子社製のUSH-400、株式会社テックジャム販売のC-HM-2412などの超音波振動型霧化ユニットが挙げられる。このような霧化ユニットは、噴霧液193を応答性良く霧化することが可能である。また、FDK株式会社製の霧化ディスクのような、圧電振動子を備えた超音波振動型霧化ユニットを用いることもできる。こうした霧化ユニットは低消費電力であるため、効率よくミスト195を発生させることができる。

#### [0037]

ナノカーボン製造装置183では、噴霧器181がナノカーボン回収チャンバー119の側面に設けられているが、噴霧器181はナノカーボン回収チャンバー119の上面や底面に設けることもできる。たとえば図3は、図1のナノカーボン製造装置183と基本構成は同様であるが、ナノカーボン回収チャンバー119の上面に噴霧器181を有するナノカーボン製造装置184を示す図である。

## [0038]

また、複数の噴霧器181をナノカーボン回収チャンバー119の異なる面にそれぞれ設けてもよい。こうすることにより、ナノカーボン回収チャンバー119の各壁面をより一層確実に湿潤することができるため、カーボンナノホーン集合体117を確実に回収することができる。

## [0039]

図1に戻り、次に、ナノカーボン製造装置183を用いたカーボンナノホーン集合体1 17の製造方法について具体的に説明する。

## [0040]

ナノカーボン製造装置183において、グラファイトロッド101として、高純度グラ ファイト、たとえば丸棒状焼結炭素や圧縮成形炭素等を用いることができる。

## [0041]

また、レーザー光103として、たとえば、高出力CO2ガスレーザーを用いることが できる。レーザー光103のグラファイトロッド101への照射は、Ar、He等の希ガ スをはじめとする反応不活性ガス雰囲気、たとえば103Pa以上105Pa以下の雰囲気 中で行う。また、製造チャンバー107内を予めたとえば10<sup>-2</sup>Pa以下に減圧排気した 後、不活性ガス雰囲気とすることが好ましい。

## [0042]

また、グラファイトロッド101の側面におけるレーザー光103のパワー密度がほぼ 一定、たとえば 5 k W / c m²以上 2 5 k W / c m²以下となるようにレーザー光 1 0 3 の 出力、スポット径、および照射角を調節することが好ましい。

#### [0043]

レーザー光103の出力はたとえば1kW以上50kW以下とする。また、レーザー光 103のパルス幅はたとえば0.5秒以上とし、好ましくは0.75秒以上とする。こう することにより、グラファイトロッド101の表面に照射されるレーザー光103の累積 エネルギーを充分確保することができる。このため、カーボンナノホーン集合体117を 効率よく製造することができる。また、レーザー光103のパルス幅はたとえば1.5秒 以下とし、好ましくは1.25秒以下とする。こうすることにより、グラファイトロッド 101の表面が過剰に加熱されることにより表面のエネルギー密度が変動し、カーボンナ ノホーン集合体の収率が低下するのを抑制することができる。レーザー光103のパルス 幅は、0.75秒以上1秒以下とすることがさらに好ましい。こうすれば、カーボンナノ ホーン集合体117の生成率および収率をともに向上させることができる。

## [0044]

また、レーザー光103照射における休止幅は、たとえば0.1秒以上とすることがで き、0.25秒以上とすることが好ましい。こうすることにより、グラファイトロッド1 01表面の過加熱をより一層確実に抑制することができる。

#### [0045]

レーザー光103は、照射角が一定となるように照射される。レーザー光103の照射 角を一定に保ちながら、グラファイトロッド101をその中心軸に対して所定の速度で回 転させることにより、グラファイトロッド101の側面の円周方向にレーザー光103を 一定のパワー密度で連続的に照射することができる。また、グラファイトロッド101を その長さ方向にスライドさせることにより、グラファイトロッド101の長さ方向にレー ザー光103を一定のパワー密度で連続的に照射することができる。

## [0046]

このときの照射角は30°以上60°以下とすることが好ましい。なお、本明細書にお いて、照射角とは、レーザー光103の照射位置におけるグラファイトターゲットの表面 に対する垂線とレーザー光103とのなす角のことである。円筒形のグラファイトターゲ ットを用いる場合、照射角は、グラファイトロッド101の長さ方向に垂直な断面におい て、照射位置と円の中心とを結ぶ線分と、水平面とのなす角となる。この照射角を30° 以下とすることにより、照射するレーザー光103の反射、すなわち戻り光の発生を防止 することができる。また、発生するプルーム109がZnSeウインドウ133を通じて ZnSe平凸レンズ131へ直撃することが防止される。このため、ZnSe平凸レンズ 131を保護し、またカーポンナノホーン集合体117の2nSeウインドウ133への 付着防止に有効である。また、レーザー光103を60°以下で照射することにより、ア モルファスカーボンの生成を抑制し、生成物中のカーボンナノホーン集合体117の割合 、すなわちカーポンナノホーン集合体117の収率を向上させることができる。また、照

射角は45°±5°とすることが特に好ましい。約45°で照射することにより、生成物 中のカーボンナノホーン集合体117の割合をより一層向上させることができる。

## [0047]

また、照射時のレーザー光103のグラファイトロッド101側面へのスポット径は、 たとえば0.5mm以上5mm以下とすることができる。

## [0048]

また、レーザー光103のスポットを、たとえば0.01mm/sec以上55mm/ s e c 以下の速度(周速度)で移動させることが好ましい。たとえば、直径100mmの グラファイトターゲットの表面にレーザー光103を照射する場合には、回転装置115 によって直径100mmのグラファイトロッド101を円周方向に一定速度で回転させ、 回転数をたとえば0.01 r p m以上10 r p m以下とすると、上述の周速度を実現でき る。なお、グラファイトロッド101の回転方向に特に制限はないが、照射位置がレーザ 一光103から遠ざかる方向、すなわち図1においては図中に矢印で示したようにレーザ 一光103から搬送管141に向かう方向、に回転させることが好ましい。こうすること により、カーボンナノホーン集合体117をより一層確実に回収することができる。

## [0049]

ナノカーボン回収チャンバー119に回収されたすす状物質は、カーボンナノホーン集 合体117を主として含み、たとえば、カーボンナノホーン集合体117が90wt%以 上含まれる物質として回収される。

## [0050]

なお、プルーム109は、レーザー光103の照射位置におけるグラファイトロッド1 01の接線に垂直方向に発生するため、この方向に搬送管141を設ければ、効率よく炭 素蒸気をナノカーボン回収チャンバー119に導き、カーボンナノホーン集合体117を 回収することができる。

#### [0051]

カーボンナノホーン集合体117の製造の際には、ナノカーボン回収チャンバー119 に設けられた噴霧器181からミスト195を噴霧しておく。こうずれば、ナノカーボン 回収チャンバー119に回収されたカーボンナノホーン集合体117は、噴霧された液体 により湿潤する。このため、カーボンナノホーン集合体117がナノカーボン回収チャン バー119中で飛散するのを抑制し、ナノカーボン回収チャンバー119の底部にカーボ ンナノホーン集合体117を効率よく堆積させることができる。また、ナノカーボン回収 チャンバー119の壁面へのカーボンナノホーン集合体117の付着も抑制することがで きる。よって、カーボンナノホーン集合体117の回収率を向上させることができる。

#### [0052]

ミスト195によりナノカーボン回収チャンバー119のすべての壁面に到達し、湿潤 するように噴霧器181からミスト195を噴霧することが好ましい。こうすれば、カー ポンナノホーン集合体117をより一層確実にナノカーボン回収チャンバー119の底部 に沈降させることができる。

## [0053]

噴霧器181から噴霧するミスト195は、比較的疎水性の有機溶媒とすることが好ま しい。カーボンナノホーン集合体117の表面は比較的疎水性だからである。また、揮発 性の溶媒とすることが好ましい。回収後、カーポンナノホーン集合体117を容易に乾燥 できるからである。したがって、たとえば、エタノール、メタノール、イソプロピルアル コール等のアルコール類、ペンゼン、トルエン等の芳香族炭化水素、ハロゲン化炭化水素 、エーテル類、アミド類等を噴霧することができる。これらの溶媒は単独で噴霧してもよ いし、2種以上を混合して用いてもよい。また、これらの溶媒と水との混合溶媒としても よい。

#### [0054]

噴霧器181からの液体の噴霧は、所定の間隔で断続的に行ってもよいし、連続的に行 ってもよい。液体の噴霧量や噴霧速度は、ナノカーボン回収チャンバー119の大きさ等 に応じて適宜設定することができる。

## [0055]

本実施形態において、たとえば、図1のナノカーボン製造装置183において、グラファイトロッド10184100mm×2<math>50mm0丸棒状焼結炭素とし、C02レーザーを18250ms休止のパルス条件でグラファイトロッド101010側面に照射してカーボンナノホーン集合体の製造を行う際に、噴霧器181からエタノールを噴霧することにより、精製したすす状物質をナノカーボン回収チャンバー1190底部に堆積させることができるため、精製したカーボンナノホーン集合体の回収率を向上させることができる。

#### [0056]

## (第二の実施形態)

第一の実施形態に記載のナノカーボン製造装置183またはナノカーボン製造装置184において、噴霧器181の構成は以下のようにすることもできる。ここでは、図3のナノカーボン製造装置184の場合を例に説明する。

## [0057]

図4は、図3のナノカーボン製造装置184のB-B'方向の断面図であり、噴霧器181の構成を説明する図である。図4において、噴霧器181は、タンク201と、供給管203と、ノズル205とを有する。タンク201には、噴霧液193が収容されている。また、供給管203は、タンク201とノズル205とを接続している。供給管203には、タンク201からの噴霧液193の供給を調節するためのバルブ209が設けられている。ノズル205は、多数のポア207を有するじょうろ状に形成されている。図5は、ノズル205の構成を示す斜視図である。

#### [0058]

カーボンナノホーン集合体117を製造する際には、バルブ209を開いて噴霧液193をノズル205からナノカーボン回収チャンバー119内に噴霧する。噴霧液193は、ポア207を通じてミスト195としてシャワー状に噴霧されるため、ナノカーボン回収チャンバー119全体を好適に湿潤させることができる。このため、カーボンナノホーン集合体117を確実にナノカーボン回収チャンバー119の底部に沈降させ、堆積させることができる。

## [0059]

なお、ノズル205の構成は上述した態様には特に限定されず、ナノカーボン回収チャンバー119の大きさやナノカーボンの生成量に応じて適宜選択することができる。たとえば、加圧式ノズルを用いてもよい。また、噴霧液193の供給を、ポンプ等を用いて行うこともできる。このようにすれば、噴霧液193をさらに確実にナノカーボン回収チャンバー119内全体に噴霧することができる。

#### [0060]

#### (第三の実施形態)

本実施形態は、第一または第二の実施形態に記載のナノカーボン製造装置と回収チャンバーの底部の構成が異なる。以下、第一の実施形態に記載のナノカーボン製造装置184の場合を例に説明する。図6は、本実施形態に係るナノカーボン製造装置185を示す図である。

#### [0061]

ナノカーボン製造装置185では、ナノカーボン回収チャンバー187の底部が傾斜している。これにより、噴霧器181から噴霧された液体により湿潤したカーボンナノホーン集合体117がナノカーボン回収チャンバー187の底部においてより低い方向に向かって移動する。このため、より一層容易にカーボンナノホーン集合体117を回収することができる。

#### [0062]

#### (第四の実施形態)

本実施形態は、第一または第二の実施形態に記載のナノカーボン製造装置183に回収 出証特2004-3002652



用カートリッジをさらに備えるナノカーポン製造装置に関する。以下、第一の実施形態に 記載のナノカーボン製造装置184の場合を例に説明する。図7は、本実施形態に係るナ ノカーボン製造装置189を示す図である。

#### [0063]

ナノカーボン製造装置189では、ナノカーボン回収チャンバー119の底部に連通して取り外し可能な回収用カートリッジ191が設けられている。回収用カートリッジ191の底部はナノカーボン製造装置189の底部よりも低い位置にあるため、ナノカーボン回収チャンバー119の底部に堆積したカーボンナノホーン集合体117は、回収用カートリッジ191へと導かれる。回収用カートリッジ191を取り外してその内部を乾燥させれば、さらに簡便にカーボンナノホーン集合体117を回収することができる。

## [0064]

#### (第五の実施形態)

本実施形態に係るカーボンナノホーン製造装置を図8に示す。この装置では、製造チャンバー107の下部に下部回収チャンバー160を設けている。また、製造チャンバー107内に液体を噴霧するための噴霧器181をさらに設けている。噴霧器181は、たとえば第一または第二の実施形態に記載した構成とすることができる。

#### [0065]

下部回収チャンバー160を設けることにより、カーボンナノホーン集合体117は上部のナノカーボン回収チャンバー119に回収される一方、搬送管141から装置上部に回収されなかったカーボン蒸気が重力により落下し、下部回収チャンバー160に回収される。この構成によれば、ホーンの長さの短いカーボンナノホーンがナノカーボン回収チャンバー119に、ホーンの長さの長いカーボンナノホーンが下部回収チャンバー160に、それぞれ分離されて回収される。本実施形態によれば、複数の種類のカーボンナノホーンを分別して回収することができる。

#### [0066]

また、製造チャンバー107内にも液体を噴霧することにより、ナノカーボン回収チャンバー119に回収されずに製造チャンバー107中に残存するカーボンナノホーン集合体117を確実に湿らせ、製造チャンバー107の底部に導くことができる。このため、カーボンナノホーン集合体117を効率よく下部回収チャンバー160に回収することができる。

#### [0067]

なお、本実施形態では、製造チャンバー107に噴霧器181を設けたが、下部回収チャンバー160に噴霧器181を設けてもよい。こうすれば、下部回収チャンバー160の底部により一層確実にカーボンナノホーン集合体117の飛散を抑制することができる。

#### [0068]

#### (第六の実施形態)

以上の実施形態に記載のナノカーボン製造装置において、ナノカーボン回収チャンバー 119の底部に堆積したカーボンナノホーン集合体117をかき集めて回収するための掻 取部211を有していてもよい。以下、本実施形態を第四の実施形態に記載のナノカーボン製造装置189に適用する場合を例に説明する。図9は、本実施形態に係るナノカーボン製造装置213の構成を示す図である。

#### [0069]

ナノカーボン製造装置 2 1 3 は、ナノカーボン回収チャンバー 1 1 9 の底部に、平板状の掻取部 2 1 1 を有する。掻取部 2 1 1 の構成は、へらのようにナノカーボン回収チャンバー 1 1 9 の底面をスライドさせてカーボンナノホーン集合体 1 1 7 を回収用カートリッジ 1 9 1 に導くことができれば特に制限はない。

#### [0070]

掻取部211を設けることにより、ナノカーボン回収チャンバー119の底部に堆積したカーボンナノホーン集合体117をより一層確実に回収することができる。なお、掻取

部211は、製造チャンバー107の底部に設けてもよい。また、必要に応じて、これら のチャンバー内を上下にスライドする掻取部211をさらに設けてもよい。こうすれば、 湿潤したカーボンナノホーン集合体117をさらに確実にチャンバーの底部に集めること ができる。

## [0071]

以上、本発明を実施形態に基づき説明した。これらの実施形態は例示であり様々な変形 例が可能なこと、またそうした変形例も本発明の範囲にあることは当業者に理解されると ころである。

## [0072]

たとえば、以上の実施形態において、ナノカーボン回収チャンバー119の底部に堆積 したカーボンナノホーン集合体117をかきとるためのかきとり手段をさらに設けてもよ 61

#### [0073]

また、以上の実施形態においては、グラファイトロッドを用いた場合を例に説明をした が、グラファイトターゲットの形状は円筒形には限定されず、シート状、棒状等とするこ ともできる。

## [0074]

また、カーボンナノホーン集合体117を構成するカーボンナノホーンの形状、径の大 きさ、長さ、先端部の形状、炭素分子やカーボンナノホーン間の間隔等は、レーザー光 1 03の照射条件などによって様々に制御することが可能である。

## 【図面の簡単な説明】

## [0075]

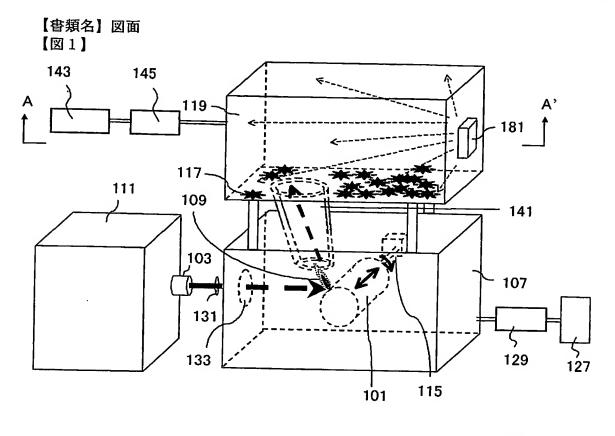
- 【図1】実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。
- 【図2】図1のナノカーボン製造装置のA-A,方向の断面図である。
- 【図3】実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。
- 【図4】図3のナノカーボン製造装置のB-B,方向の断面図である。
- 【図5】図4の噴霧器のノズルの構成を示す図である。
- 【図6】実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。
- 【図7】実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。
- 【図8】実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。
- 【図9】実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。 【符号の説明】

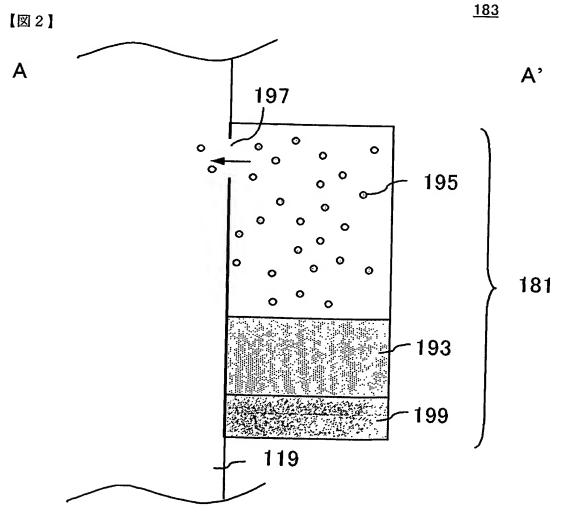
## [0076]

- 101 グラファイトロッド
- 103 レーザー光
- 107 製造チャンバー
- 109 プルーム
- 111 レーザー光源
- 115 回転装置
- 117 カーボンナノホーン集合体
- 119 ナノカーボン回収チャンバー
- 127 不活性ガス供給部
- 129 流量計
- 131 平凸レンズ
- 1 3 3 ウインドウ
- 141 搬送管
- 143 真空ポンプ
- 145 圧力計
- 160 下部回収チャンバー
- 181 噴霧器

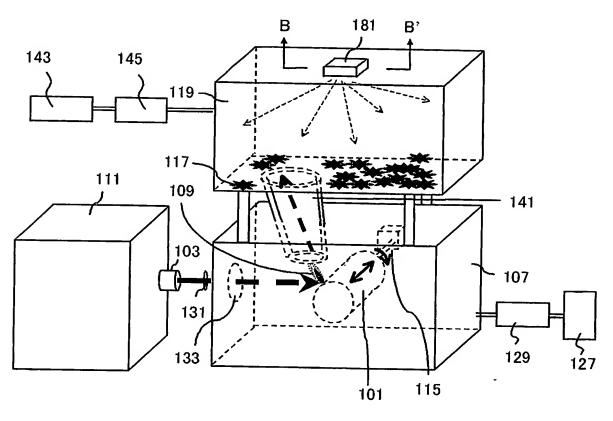
ページ: 10/E

- 183 ナノカーボン製造装置
- 184 ナノカーボン製造装置
- 185 ナノカーボン製造装置
- 187 ナノカーボン回収チャンバー
- 189 ナノカーボン製造装置
- 191 回収用カートリッジ
- 193 噴霧液
- 195 ミスト
- 197 貫通口
- 199 霧化ユニット
- 201 タンク
- 203 供給管
- 205 ノズル
- 207 ポア
- 209 バルブ
- 2 1 1 掻取部
- 213 ナノカーボン製造装置



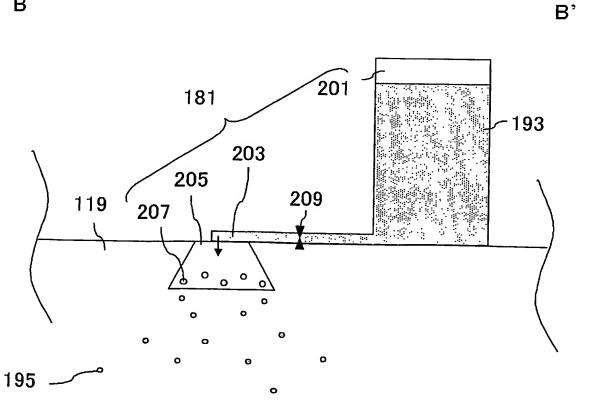




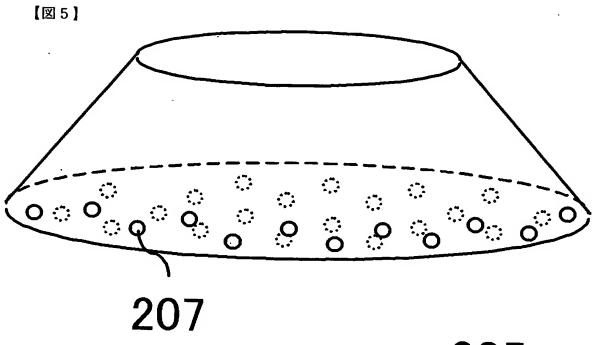


【図4】

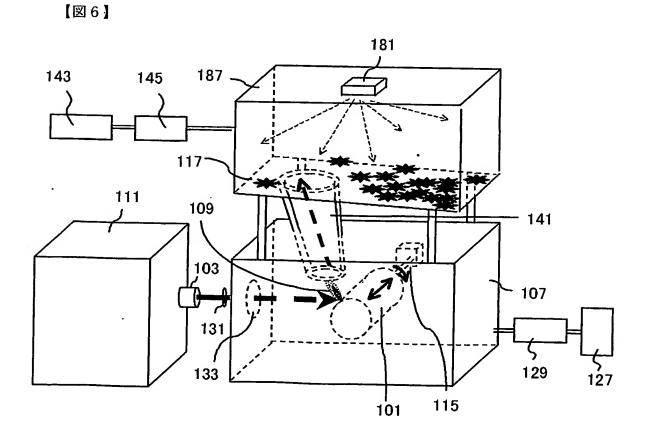
В



<u>184</u>



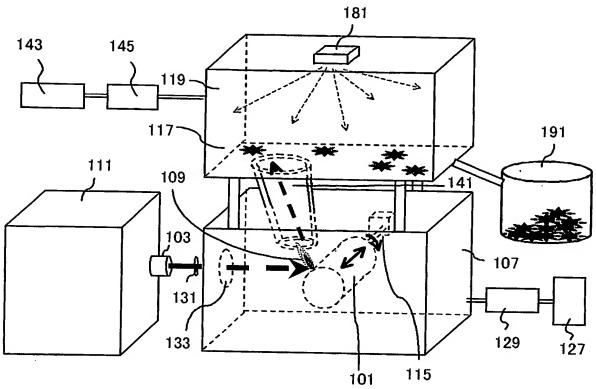
<u>205</u>



<u> 185</u>



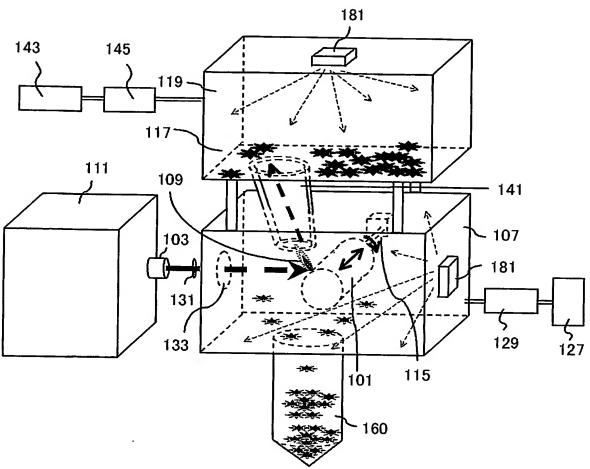
【図7】



<u>189</u>

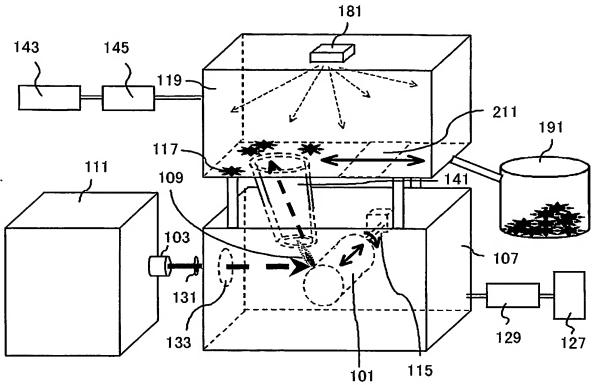


【図8】





【図9】



<u>213</u>



【曹類名】要約曹

【要約】

【課題】 ナノカーボンを効率よく回収する。

【解決手段】 ナノカーボン製造装置183において、ナノカーボン回収チャンバー119の側面に噴霧器181を設け、噴霧器181からナノカーボン回収チャンバー119内全体にミスト195を噴霧する。

【選択図】 図1



出願人履歴情報

識別番号

[000004237]

1. 変更年月日 [変更理由]

1990年 8月29日 新規登録

住 所 氏 名

東京都港区芝五丁目7番1号